

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

НИОБИЙ**Метод определения тантала**Niobium. Method for the determination
of tantalum**ГОСТ
18385.4—79****Взамен
ГОСТ 18385.7—73**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая 1979 г. № 1968 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала (от 0,06 до 0,45%).

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатно-тарtratной среды и фотометрировании экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналогичный ему прибор. Весы аналитические.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками, вместимостью по 80 мл. Пробирки стеклянные с притертыми пробками, вместимостью по 15 мл.

Пипетки из полиэтилена, вместимостью по 2—3 мл.

Колбы мерные, вместимостью по 100 и 500 мл.

Цилиндры мерные, вместимостью по 50 и 100 мл.

Тигли фарфоровые.

Пипетки с делениями, вместимостью по 5 и 10 мл.

Полиэтиленовые банки, вместимостью по 500 мл.

Тантала пятиокись, содержащая не менее 99,5%.

Натрий сернистый по ГОСТ 18344—73, ч. д. а.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—71, ч. д. а., 10%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³ и 10 н. раствор.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Раствор для разбавления: 10 г пиросерноокислого натрия помещают в тигель и сплавляют в муфельной печи до удаления паров серной кислоты, плав растворяют в 200 мл горячего раствора виннокислого аммония, приливают 100 мл воды, 45 мл 10 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доливают водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, ч. д. а., разбавленный 1:9.

Толуол по ГОСТ 5789—78, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—71, ч. д. а.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор, годен к применению через сутки после приготовления, хранят в склянке из темного стекла.

Натрий фтористый, ос. ч., 5%-ный насыщенный раствор; 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 мл горячей воды, раствор с нерастворившимся остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь, отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

2.1. Подготовка к анализу

2.1.1. Приготовление стандартного раствора и раствора А

Стандартный раствор: 0,0610 г пятиоксида тантала помещают в тигель и сплавляют при температуре 800°C с 2 г пиросерноокислого натрия, к плав добавляют 40 мл горячего раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения, добавляя 10 мл водного раствора аммиака. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки водой; 1 мл стандартного раствора содержит 0,5 мг тантала.

Раствор А: 2 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствором для разбавления до метки; 1 мл раствора А содержит 10 мкг тантала. Раствор А годен в течение 2—3 сут после приготовления.

2.1.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертыми пробками вводят 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0; 1,2; 1,4 и 1,8 мл раствора А. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 мл; рН полученного раствора должен быть 1—1,3 (рН устанавливают в отдельной аликвоте по универсальной индикаторной бумаге; если рН не достигнут, приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Затем к полученным растворам приливают по 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл рас-

твора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей точно 7 мл экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено точно 3 мл ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Так поступают с содержимым каждого кварцевого цилиндра. Полученные растворы представляют собой рабочие растворы сравнения. До измерения оптической плотности растворы могут стоять несколько часов.

Растворы сравнения последовательно переводят в кювету фотозлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность каждого раствора, как указано в ГОСТ 18385.0—79. Оптическую плотность измеряют при длине волны 590 нм, светофильтр № 5. В качестве нулевого раствора применяют воду.

Одновременно через все стадии построения градуировочного графика проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из оптической плотности растворов сравнения. Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать значения 0,03.

2.2. Проведение анализа

0,25 г ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при температуре 800°C с 5 г пиросерникового натрия и 1—2 мл серной кислоты до получения прозрачного плава и прекращения выделения паров серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 50 мл раствора виннокислого аммония, добавляя 50 мл воды и 23 мл 10 н. раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 мл полученного раствора (при массовой доле тантала 0,06—0,2% отбирают 5 мл, при массовой доле свыше 0,2% отбирают 4 мл) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, затем разбавляют до 10 мл раствором для разбавления; рН полученного раствора должен быть 1—1,3 (рН устанавливается в отдельной аликвотной части, если он не достигнут — приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Приливают к полученному раствору 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измерение оптической плотности, как описано при построении градуировочного графика в п. 2.2.2.

Одновременно через все стадии анализа проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать

0,04. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Массу тантала в растворе пробы находят по градуировочному графику.

2.3. Обработка результатов

Массовую долю тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m — масса тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем аликвотной части, мл;

m_1 — масса навески, г.

Разность результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должна превышать величин абсолютных допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовая доля тантала, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
0,06	0,02	0,3	0,06
0,1	0,02	0,4	0,08
0,15	0,03	0,45	0,09
0,2	0,04		

2.4. Проверка правильности результатов

Правильность результатов анализа контролируют методом добавок. К трем одинаковым аликвотным частям одного из анализируемых растворов в каждой из которых масса тантала, установленная по пп. 2.2; 2.3, составляет 6 мкг, добавляют по 0,6 мл раствора А. Полученные растворы анализируют по пп. 2.2; 2.3. За результат анализа аликвотных частей с добавками тантала принимают среднее арифметическое значение результатов трех определений (в этих трех аликвотных частях). Анализы правильны, когда полученный результат отличается от содержания тантала в аликвотных частях без добавки тантала не более чем на 7 и не менее чем на 5 мкг тантала. Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых аликвотных частей одного из анализируемых растворов до шести. Полученный результат должен отличаться от исходного содержания тантала в аликвотных частях раствора не более чем на 6,9 и не менее чем на 5,1 мкг тантала.